

**PATENT ABSTRACTS OF JAPAN**

(11)Publication number : 11-079889

(43)Date of publication of application : 23.03.1999

(51)Int.Cl. C30B 29/06  
C30B 15/22  
H01L 21/02  
H01L 21/208

(21)Application number : 10-074866

(71)Applicant : SHIN ETSU HANDOTAI CO LTD

(22)Date of filing : 09.03.1998

(72)Inventor : IIDA MAKOTO  
IINO EIICHI  
KIMURA MASAKI  
MURAOKA SHOZO  
YAMANAKA HIDEKI

(30)Priority

Priority number : 09199415 Priority date : 09.07.1997 Priority country : JP

**(54) PRODUCTION OF AND PRODUCTION UNIT FOR SILICON SINGLE CRYSTAL WITH FEW CRYSTAL DEFECT, AND SILICON SINGLE CRYSTAL AND SILICON WAFER PRODUCED THEREBY**

(57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To obtain a silicon single crystal and a silicon wafer with extremely low defect density throughout the crystal by CZ process while maintaining their high productivity, along with improving the in-plane oxygen concentration distribution of the wafer.

**SOLUTION:** This method for producing a silicon single crystal by Czochralski(CZ) process comprises pulling up a silicon single crystal being in growth so that the contour of the solid-liquid interface in the crystal comes within  $\pm 5$  mm relative to the average of the solid-liquid interface except the periphery 5 mm; wherein for the value of temperature gradient  $G$  (temperature change/ axial crystal length) [°C/cm] in the proximity of the above interface from 1,420° C to 1,350° C or from the melting point of silicon to 1,400° C, in-oven temperature is controlled so that  $\Delta G$  comes within 5° C/cm [ $\Delta G = (G_c - G_e)$ ;  $G_c$  is the temperature gradient in the central portion of the crystal [°C/cm];  $G_e$  is the temperature gradient in the peripheral portion of the crystal [°C/cm]].

**LEGAL STATUS**

[Date of request for examination] 16.02.2000

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 20.05.2003

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision 2003-11135 of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection] 18.06.2003

**BEST AVAILABLE COPY**

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-79889

(43) 公開日 平成11年(1999) 3月23日

(51) Int.Cl.<sup>4</sup>

識別記号

F I

C 3 0 B 29/06

5 0 2

C 3 0 B 29/06

5 0 2 H

15/22

15/22

H 0 1 L 21/02

H 0 1 L 21/02

B

21/208

21/208

P

審査請求 未請求 請求項の数16 F D (全 14 頁)

(21) 出願番号 特願平10-74866

(22) 出願日 平成10年(1998) 3月9日

(31) 優先権主張番号 特願平9-199415

(32) 優先日 平9(1997) 7月9日

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000190149

信越半導体株式会社

東京都千代田区丸の内1丁目4番2号

(72) 発明者 飯田 誠

群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越半  
導体株式会社半導体磯部研究所内

(72) 発明者 飯野 栄一

群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越半  
導体株式会社半導体磯部研究所内

(72) 発明者 木村 雅規

群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越半  
導体株式会社半導体磯部研究所内

(74) 代理人 弁理士 好宮 幹夫

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 結晶欠陥が少ないシリコン単結晶の製造方法、製造装置並びにこの方法、装置で製造されたシリ  
コン単結晶とシリコンウエーハ

(57) 【要約】

【課題】 結晶全面に亘って極低欠陥密度であるCZ法によるシリコン単結晶及びウエーハを、高生産性を維持しながら得るとともに、合わせてシリコンウエーハの面内酸素濃度分布をも改善する。

【解決手段】 CZ法によってシリコン単結晶を製造する場合において、育成されるシリコン単結晶が結晶成長時に、結晶中の固液界面の形状が、周辺5mmを除いて固液界面の平均値に対し±5mm以内となるように引き上げるシリコン単結晶の製造方法、およびCZ法によってシリコン単結晶を製造する場合において、育成されるシリコン単結晶が結晶成長時に、結晶中の固液界面近傍の1420℃から1350℃の間の温度勾配またはシリコンの融点から1400℃の間の温度勾配G（温度変化量／結晶軸方向長さ）〔℃／cm〕の値を、結晶中心部分の温度勾配G<sub>c</sub>〔℃／cm〕と結晶周辺部分の温度勾配G<sub>e</sub>〔℃／cm〕との差ΔG = (G<sub>e</sub> - G<sub>c</sub>)で表した時、ΔGが5℃／cm以内となるように炉内温度を制御するシリコン単結晶の製造方法。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 チョクラスキー法によってシリコン単結晶を製造する場合において、育成されるシリコン単結晶が結晶成長時に、結晶中の固液界面の形状が、周辺5mmを除いて固液界面の平均値に対し±5mm以内となるように引き上げることとを特徴とするシリコン単結晶の製造方法。

【請求項2】 チョクラスキー法によってシリコン単結晶を製造する場合において、育成されるシリコン単結晶が結晶成長時に、結晶中の固液界面近傍の1420℃から1350℃の間の温度勾配またはシリコンの融点から1400℃の間の温度勾配G（温度変化量／結晶軸方向長さ）〔℃／cm〕の値を、結晶中心部分の温度勾配G<sub>c</sub>〔℃／cm〕と結晶周辺部分の温度勾配G<sub>e</sub>〔℃／cm〕との差 $\Delta G = (G_e - G_c)$ で表した時、 $\Delta G$ が5℃／cm以内となるように炉内温度を制御することを特徴とするシリコン単結晶の製造方法。

【請求項3】 磁場を印加したチョクラスキー法によってシリコン単結晶を製造する場合において、育成されるシリコン単結晶が結晶成長時に、結晶中の固液界面近傍の1420℃から1350℃の間の温度勾配またはシリコンの融点から1400℃の間の温度勾配G（温度変化量／結晶軸方向長さ）〔℃／cm〕の値を、結晶中心部分の温度勾配G<sub>c</sub>〔℃／cm〕と結晶周辺部分の温度勾配G<sub>e</sub>〔℃／cm〕との差 $\Delta G = (G_e - G_c)$ で表した時、 $\Delta G$ が5℃／cm以内となるように炉内温度を制御することを特徴とするシリコン単結晶の製造方法。

【請求項4】 前記印加される磁場を水平磁場とすることを特徴とする請求項3記載のシリコン単結晶の製造方法。

【請求項5】 印加する磁場の強度を2000G以上とすることを特徴とする請求項3又は請求項4記載のシリコン単結晶の製造方法。

【請求項6】 前記結晶中の1300℃から1000℃までの温度域の結晶の長さが8cm以下となるように制御することを特徴とする、請求項1ないし請求項5のいずれか1項に記載したシリコン単結晶の製造方法。

【請求項7】 前記結晶中の1300℃から1000℃までの温度域を通過する時間が80分以下となるように制御することを特徴とする、請求項1ないし請求項8のいずれか1項に記載したシリコン単結晶の製造方法。

【請求項8】 前記結晶中の固液界面近傍の1420℃から1350℃の間の温度勾配またはシリコンの融点から1400℃の間の温度勾配Gと引上げ速度を調節して、結晶全面の引上げ状態をペイカンシー・リッチ領域とインタースティシアル・リッチ領域との境界近辺に合わせ、結晶の全面を欠陥濃度の偏りの少ないニュートラルな領域において引上げを行うようにすることを特徴とする、請求項1ないし請求項7のいずれか1項に記載したシリコン単結晶の製造方法。

【請求項9】 チョクラスキー法によってシリコン単結晶を製造する装置において、育成されるシリコン単結晶が結晶成長時に、結晶中の固液界面近傍の1420℃から1350℃の間の温度勾配またはシリコンの融点から1400℃の間の温度勾配G（温度変化量／結晶軸方向長さ）〔℃／cm〕の値を、結晶中心部分の温度勾配G<sub>c</sub>〔℃／cm〕と結晶周辺部分の温度勾配G<sub>e</sub>〔℃／cm〕との差 $\Delta G = (G_e - G_c)$ で表した時、 $\Delta G$ が5℃／cm以内となるように炉内温度を形成することを特徴とする、シリコン単結晶の製造装置。

【請求項10】 磁場を印加したチョクラスキー法によってシリコン単結晶を製造する装置において、育成されるシリコン単結晶が結晶成長時に、結晶中の固液界面近傍の1420℃から1350℃の間の温度勾配またはシリコンの融点から1400℃の間の温度勾配G（温度変化量／結晶軸方向長さ）〔℃／cm〕の値を、結晶中心部分の温度勾配G<sub>c</sub>〔℃／cm〕と結晶周辺部分の温度勾配G<sub>e</sub>〔℃／cm〕との差 $\Delta G = (G_e - G_c)$ で表した時、 $\Delta G$ が5℃／cm以内となるように炉内温度を形成することを特徴とする、シリコン単結晶の製造装置。

【請求項11】 チョクラスキー法によってシリコン単結晶を製造する装置において、シリコン溶融液の湯面直上にシリコン単結晶を囲繞するように固液界面断熱材を配置し、シリコン単結晶を囲繞した固液界面断熱材の下端と湯面との間の隙間を3～5cmとすることを特徴とする、請求項9又は請求項10に記載したシリコン単結晶の製造装置。

【請求項12】 請求項1ないし請求項8のいずれか1項に記載した方法によって製造されたシリコン単結晶。

【請求項13】 請求項9ないし請求項11のいずれか1項に記載した装置によって製造されたシリコン単結晶。

【請求項14】 チョクラスキー法により育成されたシリコン単結晶であって、成長方向に垂直な方向の酸素濃度分布が、5%以下であることを特徴とするシリコン単結晶。

【請求項15】 FPD密度が100ヶ／cm<sup>2</sup>以下であり、かつサイズが10μm以上のSEP D密度が10ヶ／cm<sup>2</sup>以下であることを特徴とするシリコンウェーハ。

【請求項16】 酸素濃度の面内分布が、5%以下であることを特徴とする請求項15のシリコンウェーハ。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、結晶欠陥が少なく、酸素濃度分布が均一なシリコン単結晶の製造方法、製造装置、並びにこの方法、装置で製造されたシリコン単結晶とシリコンウェーハに関するものである。

【0002】

【従来の技術】近年は、半導体回路の高集積化に伴う素子の微細化に伴い、その基板となるチョクラスキー法（CZ法）で作製されたシリコン単結晶に対する品質要求が高まってきている。特に、FPD、LSTD、COP等のグローニン（Grown-in）欠陥と呼ばれる欠陥の密度とサイズの低減が要求されている。

【0003】これらの欠陥を説明するに当たって、まず、シリコン単結晶に取り込まれるベイカンシイ（Vacancy、以下Vと略記することがある）と呼ばれる空孔型の点欠陥と、インタースティシアルシリコン（Interstitial-Si、以下Iと略記することがある）と呼ばれる格子間型シリコン点欠陥のそれぞれの取り込まれる濃度を決定する因子について、一般的に知られていることを説明する。

【0004】シリコン単結晶において、V領域とは、Vacancy、つまりシリコン原子の不足から発生する凹部、穴のようなものが多い領域であり、I領域とは、シリコン原子が余分に存在することにより発生する転位や余分なシリコン原子の塊が多い領域のことであり、そしてV領域とI領域の間には、原子の不足や余分が無い（少ない）ニュートラル（Neutral、以下Nと略記することがある）領域が存在していることになる。そして、前記グローニン欠陥（FPD、LSTD、COP）というのは、あくまでもVやIが過飽和な状態の時に発生するものであり、多少の原子の偏りがあっても、飽和以下であれば、欠陥としては存在しないことが判ってきた。

【0005】この两点欠陥の濃度は、CZ法における結晶の引上げ速度と結晶中の固液界面近傍の温度勾配Gとの関係（図4参照）から決まり、V領域とI領域との境界近辺にOSFと呼ばれる別種の欠陥の存在が確認されているというのが通説となっている（Erich Dornberger and Wilfred von Ammon, J. Electrochem. Soc., Vol. 143, No. 5, May 1996., T. Abe, H. Harada, J. Chikawa, Paper presented at ICDS-12 Amsterdam, August 31~September 3, 1982参照）。

【0006】これらの中で、従来の引上げ法は、製造コストやOSFは存在しないという考えから、結晶成長速度の速い領域であるV-リッチと呼ばれる領域内での製造が多く行われ、この領域の結晶内の欠陥を、引上げ中の熱履歴等を制御して低減化を図っていた。例えば、1150~1080℃の通過時間を長くし、FPD等、Vの集まりと思われる欠陥の密度を低減し、デバイス特性に近い評価ができる酸化膜耐圧特性を改善する、といった方法である。しかし、このような方法等、引上げ中の熱履歴（いずれかの温度帯域の通過時間）を制御するやり方では、欠陥の密度は減らせても欠陥サイズが拡大

し、トータルな欠陥の総体積は減少されていないことが最近判ってきた。

【0007】そこで、最近では製造コストは増加するが、品質改善のために引上げ速度を下げるか、可能な限り結晶中の固液界面近傍の温度勾配を大きくして、結晶の一部又は全面にI-リッチと呼ばれるFPD、LSTD、COP等の欠陥があまり観察されない領域を使用する試みがなされつつある。ところが、最近の研究でI-リッチ領域の中でもVとIの境界領域から離れたようなところでは、過剰な格子間シリコンが集まって形成する転位ループと考えられている大きいSEPDと呼ばれる欠陥が存在することが判った。この大きいSEPD（以下、L-SEPDという）は、V領域に存在するFPD、LSTD、COP等よりもデバイスの特性に悪影響を与える恐れがある。

【0008】一方、半導体デバイスの高集積化は、シリコンウエーハ面内の均一性の要求も求めており、中でも酸素濃度分布は、作製されるデバイス歩留りに直接影響を及ぼすため、特にウエーハ面内で均一に分布していることが望まれる。チョクラスキー法で製造されるシリコンウエーハ面内の酸素濃度分布が悪化する原因としては、シリコン融液の対流、ガス雰囲気条件あるいは結晶回転、ルツボの回転等、種々のものが考えられるが、特に成長する結晶棒の外側の周辺部と、内側の中心部とでは冷却されやすさが異なるために、結晶成長界面（固液界面）が平らにならないことが挙げられる。

【0009】すなわち、通常チョクラスキー法における結晶成長界面は、内側が冷却されにくいことから成長が遅れ、上側に凸形状のものとなり、これをスライスして得たウエーハの面内では、成長時期が異なるために、成長縞を有することになる。その結果、ウエーハ面内では、結晶成長方向での酸素濃度の変動に従った分布を有することになる。

【0010】しかし、従来はこのような界面形状に基づく酸素濃度の変動、分布は、チョクラスキー法で棒状の単結晶棒を引上げ製造する方法においては、必然的に起るものとされ、やむを得ないものと考えられていた。したがって、程度の差こそあれ、界面形状に基づく変動、分布は有する上で、前記結晶回転等の他のファクタを制御することによって、出来るだけウエーハ面内の酸素濃度分布を改善しようとした。

【0011】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、このような問題点を鑑みなされたもので、V-リッチ領域およびI-リッチ領域のいずれも存在しない、結晶全面に亘って極低欠陥密度であるCZ法によるシリコン単結晶及びウエーハを、高生産性を維持しながら得るとともに、合わせてシリコンウエーハの面内酸素濃度分布をも改善することを目的とする。

【0012】

【課題を解決するための手段】本発明は、前記目的を達成するために為されたもので、本発明の請求項1に記載した発明は、チョクラスキー法によってシリコン単結晶を製造する場合において、育成されるシリコン単結晶が結晶成長時に、結晶中の固液界面の形状が、周辺5mmを除いて固液界面の平均値に対し±5mm以内となるように引き上げることを特徴とするシリコン単結晶の製造方法である。

【0013】このように、結晶成長界面（固液界面）形状を、周辺5mmを除いて固液界面の平均値に対し±5mm以内となるように平坦化して結晶を引き上げれば、欠陥の多いV-リッチ領域とI-リッチ領域とが混在しない中性領域で、結晶を引き上げることが可能となるとともに、ウェーハ面内の酸素濃度分布を著しく改善することができる。周辺5mmを除いたのは、この領域では固液界面の形状が急激に変化しており安定しないからである。

【0014】また、本発明の請求項2に記載した発明は、CZ法によってシリコン単結晶を製造する場合において、育成されるシリコン単結晶が結晶成長時に、結晶中の固液界面近傍の1420℃から1350℃の間の温度勾配またはシリコンの融点から1400℃の間の温度勾配G（温度変化量／結晶軸方向長さ）〔℃／cm〕の値を、結晶中心部分の温度勾配Gc〔℃／cm〕と結晶周辺部分の温度勾配Ge〔℃／cm〕との差 $\Delta G = (G_e - G_c)$ で表した時、 $\Delta G$ が5℃／cm以内となるように炉内温度を制御するようにした。

【0015】このように、結晶成長時に、いわゆるホットゾーン（以下、HZという）の調整により、すなわち、結晶中心部分の温度勾配Gc〔℃／cm〕と結晶周辺部分の温度勾配Ge〔℃／cm〕との差 $\Delta G = (G_e - G_c)$ で表した時、 $\Delta G$ が5℃／cm以内となるように炉内温度を制御すれば、V-リッチ領域とI-リッチ領域の間に存在するN領域のみでの引上げを可能とし、その引上げ速度を決めることができるので、欠陥の多いV-リッチ領域とI-リッチ領域とが混在しない中性領域で、結晶全面に互って極低欠陥密度であるCZ法によるシリコン単結晶及びウェーハを、安定状態で高生産性を維持しながら製造することができる。そして、このように温度勾配の差 $\Delta G$ を5℃／cm以内とすることによって、結晶育成時の固液界面形状を、周辺5mmを除いて固液界面の平均値に対し±5mm以内に平坦化することができ、酸素濃度分布を改善することが出来る。この場合、結晶中の固液界面近傍の温度勾配G（温度変化量／結晶軸方向長さ）〔℃／cm〕としては、1420℃から1350℃の間の温度勾配を用いても、シリコンの融点から1400℃の間の温度勾配を用いてもよいが、シリコンの融点から1400℃の間の温度勾配を用いた方がより正確な制御をすることができる。

【0016】次に、本発明の請求項3に記載した発明

は、磁場を印加したチョクラスキー法によってシリコン単結晶を製造する場合において、育成されるシリコン単結晶が結晶成長時に、結晶中の固液界面近傍の1420℃から1350℃の間の温度勾配またはシリコンの融点から1400℃の間の温度勾配G（温度変化量／結晶軸方向長さ）〔℃／cm〕の値を、結晶中心部分の温度勾配Gc〔℃／cm〕と結晶周辺部分の温度勾配Ge〔℃／cm〕との差 $\Delta G = (G_e - G_c)$ で表した時、 $\Delta G$ が5℃／cm以内となるように炉内温度を制御することを特徴とするシリコン単結晶の製造方法である。

【0017】このように、磁場を印加したチョクラスキー法において $\Delta G$ が5℃／cm以内となるようにして結晶を引き上げれば、N領域が広がり、その制御範囲が広がるために、より簡単に結晶欠陥がほとんど無いシリコン単結晶、シリコンウェーハを製造することが出来る。

【0018】この場合、請求項4に記載したように、印加される磁場を水平磁場とし、また請求項5に記載したように、印加する磁場の強度を2000G以上とするのが好ましい。シリコン融液の対流を抑制してN領域を広げると共に、固液界面形状を平坦化するには、水平磁場の方が縦磁場あるいはカスプ磁場より好ましいし、2000G未満では、磁場印加効果が少ないからである。

【0019】そして、本発明においては、結晶中の1300℃から1000℃までの温度域の結晶長さが8cm以下となるように制御し（請求項6）、結晶中の1300℃から1000℃までの温度域を通過する時間が80分以下となるように制御することが好ましい（請求項7）。

【0020】これは、前記結晶中の固液界面より上部の固体結晶部分の温度勾配或は引上げ速度を規定した引上げ条件であり、こうすることによって、温度勾配Gの絶対値そのものが大きくなり、高い引上げ速度によってもニュートラル領域で引き上げることができる。

【0021】結晶中の1300℃から1000℃までの温度域の結晶長さが8cmを越える場合は、温度勾配Gの絶対値が小さくなり、極端に遅い引上速度でしか結晶全面に互って極低欠陥密度であるシリコン単結晶およびウェーハを得ることが出来なくなる。同様に、結晶中の1300℃から1000℃までの温度域を通過する時間が80分を超えた場合でも温度勾配Gの絶対値が小さくなり、結晶全面に互って極低欠陥密度であるシリコン単結晶およびウェーハを得ようとすると引上速度を遅くせざるを得ず、安定状態で高生産性を維持することが困難となる。

【0022】また、本発明の請求項8に記載した発明は、結晶中の固液界面近傍の1420℃から1350℃の間の温度勾配またはシリコンの融点から1400℃の間の温度勾配Gと引上げ速度を調節して、結晶全面の引上げ状態をV・リッチ領域とI・リッチ領域との境界近

辺に合わせ、結晶の全面を欠陥濃度の偏りの少ないニュートラル(N、中性)な領域において行うようにするというものである。

【0023】従来のN領域という概念を全く考慮しない方法で結晶を上げると、温度勾配の差 $\Delta G = (G_e - G_c)$ が大きくなってしまい結晶面内でN領域だけを作することは出来なかったが、前記したように $\Delta G = (G_e - G_c) \leq 5$  [°C/cm]に制御するとともに、引上げ速度を調整することにより結晶全面にN領域が出来るようになった。こうすることによってV、Iのいずれの欠陥の発生も少なく、結晶の全面において欠陥濃度が低く、その偏りの少ないニュートラルな領域が得られ、安定した品質が確保される。

【0024】次に、本発明の請求項9に記載した発明は、チョクラスキー法によってシリコン単結晶を製造する装置において、育成されるシリコン単結晶が結晶成長時に、結晶中の固液界面近傍の1420°Cから1350°Cの間の温度勾配またはシリコンの融点から1400°Cの間の温度勾配G(温度変化量/結晶軸方向長さ) [°C/cm]の値を、結晶中心部分の温度勾配 $G_c$  [°C/cm]と結晶周辺部分の温度勾配 $G_e$  [°C/cm]との差 $\Delta G = (G_e - G_c)$ で表した時、 $\Delta G$ が5°C/cm以内となるように炉内温度を形成することを特徴とする、シリコン単結晶の製造装置である。

【0025】また、本発明の請求項10に記載した発明は、磁場を印加したチョクラスキー法によってシリコン単結晶を製造する装置において、育成されるシリコン単結晶が結晶成長時に、結晶中の固液界面近傍の1420°Cから1350°Cの間の温度勾配またはシリコンの融点から1400°Cの間の温度勾配G(温度変化量/結晶軸方向長さ) [°C/cm]の値を、結晶中心部分の温度勾配 $G_c$  [°C/cm]と結晶周辺部分の温度勾配 $G_e$  [°C/cm]との差 $\Delta G = (G_e - G_c)$ で表した時、 $\Delta G$ が5°C/cm以内となるように炉内温度を形成することを特徴とする、シリコン単結晶の製造装置である。

【0026】そして、本発明の請求項11に記載した発明は、請求項9または請求項10に記載の装置であって、チョクラスキー法によってシリコン単結晶を製造する装置において、シリコン溶融液の湯面直上にシリコン単結晶を囲繞するように固液界面断熱材を配置し、シリコン単結晶を囲繞した固液界面断熱材の下端と湯面との間の隙間を3~5cmとすることを特徴とする、シリコン単結晶の製造装置である。

【0027】このように、 $\Delta G$ が5°C/cm以内となる装置、特に磁場を印加した装置であれば、結晶欠陥の無いN領域のみで結晶を引き上げることが可能となる。例えば、HZを取り巻く固液界面断熱材下端を湯面から3~5cmの隙間を設けて設置した構造にすれば、ヒータの放射熱が固液界面に十分当たり、固液界面近傍の温度勾配の差 $\Delta G = (G_e - G_c)$ を5°C/cm以下に制御

することが可能なシリコン単結晶の製造装置を形成することが可能となり、結果的には、結晶欠陥の極めて少ない品質のシリコン単結晶およびシリコンウエーハを安定して製造することができる。

【0028】この固液界面断熱材下端と湯面との隙間が3cm未満の場合は、ヒータ等からの熱放射が不十分となり、結果として固液界面近傍の温度勾配の差 $\Delta G = (G_e - G_c)$ が5°C/cmを超える値となり、欠陥の多いV-リッチ領域とI-リッチ領域とが混在しない中性領域で、結晶全面に互って極低欠陥密度であるシリコン単結晶およびウエーハを作ることができなくなる。一方、この固液界面断熱材下端と湯面との隙間が5cmを超える場合は、温度勾配Gそのものの値が小さくなり、必然的に結晶全面に互って極低欠陥密度であるシリコン単結晶およびウエーハを得るためには引上げ速度を極端に遅くする必要が生じ、これでは安定状態で高生産性を維持することは難しい。

【0029】さらに、本発明の請求項12、請求項13に記載した発明は、前記請求項1ないし請求項8のいずれか1項に記載した方法あるいは請求項9ないし請求項11のいずれか1項に記載した装置によって製造されたシリコン単結晶である。

【0030】このように、前記請求項1ないし請求項8のいずれか1項に記載した方法および請求項9ないし請求項11のいずれか1項に記載した装置によってシリコン単結晶を製造すれば、N領域で安定的に結晶を上げられるため、FPD、LSTD、COP、L-SEPD等の結晶欠陥が極めて少ないとともに、ウエーハ面内の酸素濃度分布を改善したシリコン単結晶を製造することができる。

【0031】次に、本発明の請求項14に記載した発明は、チョクラスキー法により育成されたシリコン単結晶であって、成長方向に垂直な方向の酸素濃度分布が、5%以下であることを特徴とするシリコン単結晶である。このように、本発明では、 $\Delta G$ を5°C/cm以内とし、固液界面形状を平坦化するので、酸素濃度分布が均一なシリコン単結晶を得ることができる。特に、本発明では、1本の単結晶棒のほとんどがその成長方向に垂直な方向(スライス後のウエーハ面内方向)で均一なものとなる。

【0032】そして、本発明の請求項15に記載した発明は、FPD密度が100ヶ/cm<sup>2</sup>以下であり、かつサイズが10μm以上のSEPD密度が10ヶ/cm<sup>2</sup>以下であることを特徴とするシリコンウエーハである。

【0033】このように、本発明によって製造されたシリコン単結晶から作製されるシリコンウエーハは、FPDやLSTD、COP、L-SEPD等のグローニン欠陥が極めて少ないものであり、極めて有用なシリコンウエーハとすることができる。

【0034】しかも、請求項16に記載したように、本

発明のシリコンウエーハは、結晶欠陥が少ないとともに、酸素濃度の面内分布も、5%以下とすることができる。ここで、酸素濃度の面内分布の表示の仕方は種々のものがあるが、本発明では、面内で測定された最大値と最小値の差を最大値で割った値、あるいは面内で測定された最大値と最小値の差を平均値で割った値のいずれでも5%以下とすることができる。

【0035】以下、本発明につき詳細に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。説明に先立ち各用語につき予め解説しておく。

1) FPD (Flow Pattern Defect) とは、成長後のシリコン単結晶棒からウエーハを切り出し、表面の歪み層を弗酸と硝酸の混合液でエッチングして取り除いた後、 $K_2Cr_2O_7$  と弗酸と水の混合液で表面をエッチング (Secco エッチング) することによりピットおよびさざ波模様が生じる。このさざ波模様をFPDと称し、ウエーハ面内のFPD密度が高いほど酸化膜耐圧の不良が増える (特開平4-192345号公報参照)。

【0036】2) SEPD (Secco Etch Pit Defect) とは、FPDと同一のSecco エッチングを施した時に、流れ模様 (flow pattern) を伴うものをFPDと呼び、流れ模様を伴わないものをSEPDと呼ぶ。この中で10 $\mu$ m以上の大きいSEPDは転位クラスターに起因すると考えられ、デバイスに転位クラスターが存在する場合、この転位を通じて電流がリークし、P-Nジャンクションとしての機能を果たさなくなる。

【0037】3) LSTD (Laser Scattering Tomography Defect) とは、成長後のシリコン単結晶棒からウエーハを切り出し、表面の歪み層を弗酸と硝酸の混合液でエッチングして取り除いた後、ウエーハを劈開する。この劈開面より赤外光を入射し、ウエーハ表面から出た光を検出することでウエーハ内に存在する欠陥による散乱光を検出することができる。ここで観察される散乱体については学会等ですでに報告があり、酸素析出物とみなされている (J. J. A. P. Vol. 32, P3679, 1993参照)。また、最近の研究では、八面体のボイド (穴) であるという結果も報告されている。

【0038】4) COP (Crystal Originated Particle) とは、ウエーハの中心部の酸化膜耐圧を劣化させる原因となる欠陥で、SeccoエッチではFPDになる欠陥が、アンモニア過酸化水素水洗浄 ( $NH_4OH:H_2O_2:H_2O=1:1\sim 2:5\sim 7$  の混合液による洗浄) では選択エッチ液として働き、COPになる。このピットの直径は1 $\mu$ m以下で光散乱法で調べる。

【0039】本発明者らは、CZ法によるシリコン単結晶成長に関し、V領域とI領域の境界近辺について、詳

細に調査したところ、この境界近辺の極く狭い領域にFPD、LSTD、COPの数が著しく少なく、大きなSEPDも存在しないニュートラルな領域があることを発見した。

【0040】そこで、このニュートラルな領域をウエーハ全面に広げることができれば、点欠陥を大幅に減らせると発想した。図4に示したように、前記した成長 (引上げ) 速度と温度勾配の関係の中で、結晶のウエーハ面内では、引上げ速度はほぼ一定であるから、面内の点欠陥の濃度分布を決定する主な因子は温度勾配である。つまり、ウエーハ面内で、軸方向の温度勾配に差があることが問題で、この差を減らすことが出来れば、ウエーハ面内の点欠陥の濃度差も減らせることを見出した。

【0041】しかも、このようにウエーハ面内で軸方向の温度勾配の差をなくせば、引上げシリコン単結晶の固液界面を平坦化することができ、ウエーハ面内酸素濃度分布の改善も出来ることがわかった。

【0042】ここで、通常の引上げ方法の場合における、図5に示したような、結晶中心部の温度勾配Gcと結晶周辺部分の温度勾配Geとの差を調査したところ、 $(Ge-Gc)$  で少なくとも15 $^{\circ}C/cm$ あり、特に、温度勾配Gの絶対値を大きくした場合には、 $(Ge-Gc)$  も広がり、時には40 $^{\circ}C/cm$ も差があることが確認された。

【0043】このように結晶中心部と周辺部分との温度勾配に差があると、図5のように固液界面 (結晶成長界面) 4の形状が平坦とはならず、上側に凸形状となる。そして、上記のように温度勾配の差 $\Delta G$ が15 $^{\circ}C/cm$ もあると、中心部の固液界面が周辺5mmを除いて固液界面の平均値に対し $\pm 5mm$ を越えるようになる。したがって、このような従来のチョクラルスキー法による結晶棒からスライスして得たウエーハの面内では、成長時期が異なることに起因する成長縞を有することになり、結晶成長方向での酸素濃度の変動に従った分布を持つことになる。

【0044】そこで、温度勾配Gの差を減らす方法を、例えば、FEMAGと呼ばれる総合伝熱解析ソフト (F. Dupret, P. Nicodeme, Y. Ryckmans, P. Wouters, and M. J. Crochet, Int. J. Heat Mass Transfer, 33, 1849 (1990)) を使用して鋭意調査したところ、図6に示したように、結晶の高温域である1420 $^{\circ}C$ またはシリコンの融点から1400 $^{\circ}C$ の範囲を断熱材で保温し、また固液界面近傍には融液からの輻射熱を直接当てるようにし、一方これより低温の部分を出来るだけ冷却すればよいことが判った。

【0045】具体的には、シリコン溶融液の湯面直上にシリコン単結晶を囲繞するように固液界面断熱材を配置し、シリコン単結晶を囲繞した固液界面断熱材の下端と



湯面との間に3~5cmの隙間を設けて設置すれば、ヒータの輻射熱が固液界面に十分当たり、結晶の成長速度と温度勾配との関係を示した図3のような温度勾配の差 $\Delta G = (G_e - G_c)$ が $5^\circ\text{C}/\text{cm}$ 以下となる熱分布が形成され、V、I欠陥の少ないホットゾーンが存在することが明らかになった。

【0046】よって、シリコン単結晶の引上げ方法において、前記のような温度勾配、すなわち、結晶中の固液界面近傍の $1420^\circ\text{C}$ （シリコンの融点）から $1350^\circ\text{C}$ の間の温度勾配またはシリコンの融点から $1400^\circ\text{C}$ の間の温度勾配 $G$ （温度変化量/結晶軸方向長さ） $[\text{C}/\text{cm}]$ の値を、結晶中心部分の温度勾配 $G_c [\text{C}/\text{cm}]$ と結晶周辺部分の温度勾配 $G_e [\text{C}/\text{cm}]$ との差 $\Delta G = (G_e - G_c)$ で表した時、 $\Delta G$ が $5^\circ\text{C}/\text{cm}$ 以内となるように炉内温度をHZにより調整すれば、Vリッチ領域とIリッチ領域の間に存在するN領域の結晶の引上げ速度を決めることができ、ウェーハ全面がニュートラルになり、点欠陥はほとんど見られなくなった（図4参照）。

【0047】図4の上部に見られるように $\Delta G \leq 5^\circ\text{C}/\text{cm}$ のHZにおいても、成長速度が速や過ぎるとVリッチ領域の結晶となり、遅過ぎると下部に見られるようにIリッチ領域の結晶になってしまい、適切な成長速度を選択することで、図4の真ん中に見られるように全面Nリッチ領域の単結晶が得られる。

【0048】この温度勾配の制御と結晶領域の関係をより具体的に説明すると、図7に示したように、従来のCZ法では、例えば、 $G_c = 30^\circ\text{C}/\text{cm}$ 、 $G_e = 50^\circ\text{C}/\text{cm}$ とすると、 $\Delta G = G_e - G_c = 20^\circ\text{C}/\text{cm}$ のHZであり、例えば図7のAの位置で比較的早い成長速度で育成すると、この状態での結晶領域は、図9(a)に示したように単結晶横断面で見ると、中心部と周辺部は、夫々結晶欠陥の多いV領域、I領域であり、欠陥の少ないN領域はこれらの中間部に円環状に存在するに過ぎない。

【0049】これに対して、本発明の方法では、例えば、図7のBの位置に見られるように、 $G_c = 35^\circ\text{C}/\text{cm}$ 、 $G_e = 40^\circ\text{C}/\text{cm}$ とすると、 $\Delta G = G_e - G_c = 5^\circ\text{C}/\text{cm}$ のHZであり、比較的遅い成長速度で育成しており、この状態での結晶領域は、図9(b)に示したように単結晶横断面で見ると、全面が欠陥の少ないN領域となった。

【0050】しかし、この状態では成長速度が遅いので、図8に示したように、Cの位置からDの位置まで温度勾配の差 $\Delta G = G_e - G_c \leq 5^\circ\text{C}/\text{cm}$ を維持したまま、かつ温度勾配 $G$ （ $G_c$ と $G_e$ ）の絶対値を大きくしたHZにすれば、早い成長速度で全面N領域を達成出来るようになり、高い生産性を保つことができる。

【0051】また、この現象を固液界面より上部に位置する既に結晶化した部分の温度勾配で見ると、 $1300$

$^\circ\text{C}$ から $1000^\circ\text{C}$ までの温度域の結晶長さが $8\text{cm}$ 以下となるように制御することで達成できることが判った。結晶中で $8\text{cm}$ よりこの温度域が広がると温度勾配の絶対値は小さくなるので、遅い引上げ速度を選択しなければならず、生産効率を悪化させる結果となる。

【0052】さらに、この現象を引上げ速度の面からみると、既に結晶化した部分における $1300^\circ\text{C}$ から $1000^\circ\text{C}$ までの温度域を通過する時間が $80$ 分以下となるように制御することが必要である。 $80$ 分を越えるような徐冷によっても温度勾配の絶対値は小さくなり、N領域での結晶を得るためには引上げ速度を遅くしなければならず、生産効率が低下することになる。

【0053】そして、このように $\Delta G$ を $5^\circ\text{C}/\text{cm}$ 以内として引き上げると、固液界面形状は、周辺 $5\text{mm}$ を除いて固液界面の平均値に対し $\pm 5\text{mm}$ 以内となり、特に $\pm 2.5\text{mm}$ 以内となって、N領域の結晶を成長しやすくなるとともに、酸素濃度の面内分布も改善されることになる。

【0054】以上のように、本発明のニュートラル領域での引上げ条件を明らかにしてきたが、これらをまとめてみると、結晶中の固液界面近傍の $1420^\circ\text{C}$ から $1350^\circ\text{C}$ の間の温度勾配またはシリコンの融点から $1400^\circ\text{C}$ の間の温度勾配 $G$ と引上げ速度を調節して、結晶全面の引上げ状態をベイクンシー（V）・リッチ領域とインターステシアル（I）・リッチ領域との境界近辺に合わせ、結晶の全面を欠陥濃度の偏りの少ないニュートラルな領域において行うようにするということである。そして、これによって酸素濃度の面内分布も著しく改善される。

【0055】なお、 $\Delta G$ を $5^\circ\text{C}/\text{cm}$ 以内とし、温度勾配の絶対値を所望値とした場合における、結晶の全面をN領域で引き上げるための引上げ速度を知るには、例えば $\Delta G$ が $5^\circ\text{C}/\text{cm}$ 以内となるように単結晶棒を高速で引上げ、V・リッチ結晶が出来るようにし、その後 $\Delta G$ を $5^\circ\text{C}/\text{cm}$ 以内に維持したまま徐々に成長速度を低下させ、最終的にI・リッチ結晶ができる成長速度にまで低下させる。そして、出来た単結晶棒を縦方向に切断して結晶欠陥を調べれば、V・リッチとI・リッチとの間にあるN領域の成長速度を知ることが出来る。

【0056】この場合、シリコン融液に磁場を印加するチョクラスキー法（MCZ法）により $\Delta G$ を $5^\circ\text{C}/\text{cm}$ 以内に保ちつつ結晶を引き上げると、上記N領域が広がり、N領域となる引上げ速度の範囲が広がって、容易に単結晶をN領域として引き上げることが可能となる。

【0057】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施形態について、図面を参照しながら詳細に説明する。まず、本発明のCZ法による単結晶引上装置の構成例を図1により説明する。図1に示すように、この単結晶引上装置30は、引上げ室31と、引上げ室31中に設けられたルツ

ボ32と、ルツボ32の周囲に配置されたヒータ34と、ルツボ32を回転させるルツボ保持軸33及びその回転機構（図示せず）と、シリコンの種子結晶5を保持するシードチャック6と、シードチャック6を引き上げるケーブル7と、ケーブル7を回転又は巻き取る巻取機構（図示せず）を備えて構成されている。ルツボ32は、その内側のシリコン融液（湯）2を収容する側には石英ルツボが設けられ、その外側には黒鉛ルツボが設けられている。また、ヒータ34の外側周囲には断熱材35が配置されている。

【0058】また、本発明の製造方法に関わる製造条件を設定するために、結晶の固液界面の外周に環状の固液界面断熱材8を設け、その上に上部囲繞断熱材9が配置されている。この固液界面断熱材8は、その下端とシリコン融液2の湯面との間に3～5cmの隙間10を設けて設置されている。上部囲繞断熱材9は条件によっては使用しないこともある。さらに、冷却ガスを吹き付けたり、輻射熱を遮って単結晶を冷却する筒状の冷却装置36を設けている。

【0059】別に、最近では図12に見られるように引上げ室31の水平方向の外側に、常伝導あるいは超伝導コイル等からなる磁石38を設置し、シリコン融液2に水平方向あるいは垂直方向等の磁場を印加することによって、融液の対流を抑制し、単結晶の安定成長をはかる、いわゆるMCZ法が用いられることも多い。融液に印加される磁場の方向は、磁石の配置によって簡単に変更することが出来る。例えば、一つのコイルを引上げ室31を水平方向に取り囲むように配置すれば、融液には垂直方向の磁場（縦磁場）が印加されることになり、二つのコイルを引上げ室31の水平方向の外側に対向配置すれば、融液には水平方向の磁場（横磁場）が印加されることになる。そして、本発明においても、前述のようにこのMCZ法を用いれば、N領域が広がり制御範囲が広がって容易にN結晶を得ることが出来るようになる。

【0060】次に、上記図1の単結晶引上装置30による単結晶育成方法について説明する。まず、ルツボ32内でシリコンの高純度多結晶原料を融点（約1420℃）以上に加熱して融解する。次に、ケーブル7を巻き出すことにより湯2の表面略中心部に種子結晶5の先端を接触又は浸漬させる。その後、ルツボ保持軸33を適宜の方向に回転させるとともに、ケーブル7を回転させながら巻き取り種子結晶5を引上げるにより、単結晶育成が開始される。以後、引上速度と温度を適切に調節することにより略円柱形状の単結晶棒1を得ることができる。

【0061】この場合、本発明では、本発明の目的を達成するために次のような設備を施した。先ず、図6（図1の部分拡大説明図）に示したように、引上げ室31の湯面上の単結晶1中の液状部分の外周空間において、湯面近傍の結晶の温度が1420℃から1350℃（ある

いはシリコンの融点から1400℃）までの温度域、いわゆるHZに環状の固液界面断熱材8を設け、その上に上部囲繞断熱材9を配置している。この固液界面断熱材8は、その下端とシリコン融液2の湯面3との間に3～5cmの隙間10を設けて設置されている。上部囲繞断熱材9は条件によっては使用しないこともある。さらに、この断熱材の上部に結晶を冷却する装置、例えば冷却装置36を設けて、これに上部より冷却ガスを吹きつけて結晶を冷却できるものとし、筒下部に輻射熱反射板を取り付けた構造とすることもある。

【0062】このように液面の直上の位置に所定の隙間を設けて断熱材を配置し、さらにこの断熱材の上部に結晶を冷却する装置を設けた構造とすることによって、結晶成長界面近傍では輻射熱により保温効果が得られ、結晶の上部ではヒータ等からの輻射熱をカットすることが出来るので、結晶周辺部の温度勾配Geが小さくなり、結晶中心部の温度勾配Gcとの差も小さくなり、かつ固液界面4もフラットになって、結晶の全面において欠陥濃度の偏りの少ないN領域で結晶を引上げることが可能となった。この結晶の冷却装置としては、前記筒状の冷却装置36とは別に、結晶の周囲を囲繞する空冷ダクトや水冷蛇管等を設けて所望の温度勾配を確保するようにしても良い。

【0063】また、本発明では、図12のように引上げ室31の外側に磁石38を配置するのが好ましい。この場合、印加される磁場を水平磁場とし、印加する磁場の強度を2000G以上、より好ましくは3000G以上とする。磁場を印加することによってシリコン融液の対流が抑制されて結晶中のN領域が広がる。また、固液界面形状を平坦化するには、水平磁場の方が縦磁場あるいはカスプ磁場等より好ましいし、2000G未満では、磁場印加効果が少ないからである。

【0064】そして本発明では、従来のように極端に引上速度を低下させる必要は全くないものであり、また一定の温度域を徐冷する必要もないため、単結晶の生産性を低下させることなく、品質の改善を図ることができる。しかも、酸素濃度の面内分布も改善されるし、MCZ法を用いれば、制御範囲が広くなり確実に低欠陥結晶の製造が出来る。

【0065】図1、図12の本発明の単結晶引上装置と比較のために従来の装置を図2に示した。基本的な構造については、本発明の引上装置と同じであるが、本発明の固液界面断熱材8、上部囲繞断熱材9や冷却装置36は装備していない。

【0066】以上のように、詳細に説明した方法と装置によって製造されたシリコン単結晶は、N領域で安定的に結晶を引上げられるため、FPD、LSTD、COP、L-SEPD等の結晶欠陥の極めて少ないものとする事ができる。また、単結晶のはほぼ全体に亘って、結晶成長方向に垂直な方向の酸素濃度分布を、5%以下と

することができる。

【0067】このようなシリコン単結晶から作製したシリコンウエーハは、その全面において、FPD密度が100ヶ/cm<sup>2</sup>以下であり、かつサイズが10μm以上のSEPD密度が10ヶ/cm<sup>2</sup>以下であるシリコンウエーハとなり、また、酸素析出熱処理を施すことによって、酸素が析出するような酸素濃度を持つシリコンウエーハに対して、酸素析出熱処理後にX線観察した際に、面内の析出のコントラストが一定でストライエーションリングの数が少ないウエーハが得られる。すなわち、成長界面が平坦であるため、ウエーハ面内の均一性がよく、特に面内酸素濃度分布は、5%以下となる。

【0068】

【実施例】以下、本発明の実施例を示す。

(実施例1) 図1に示した引上装置30で、20インチ石英ルツボに原料多結晶シリコンを60Kgチャージし、直径6インチ、方位<100>のシリコン単結晶棒を平均引上速度を1.0~0.4mm/minに変化させて引上げた(単結晶棒の直胴長さ約85cm)。シリ\*

\*コン融液の湯温は1420℃、湯面から環状の固液界面断熱材の下端までは、4cmの空間とし、その上に10cm高さの環状固液界面断熱材を配置し、湯面から引上げ室天井までの高さをルツボ保持軸を調整して30cmに設定し、上部囲繞断熱材を配備した。

【0069】結晶の固液界面近傍のシリコンの融点から1400℃の間の温度勾配は、 $G_e = 45.0$  [℃/cm]、 $G_c = 42.0$  [℃/cm]、 $\Delta G = (G_e - G_c) = 3.0$  [℃/cm] に設定した。ここで得られた単結晶棒から、ウエーハを切り出し、鏡面加工を施すことによって、シリコン単結晶の鏡面ウエーハを作製した。こうしてできたシリコン単結晶の鏡面ウエーハにつき、前記FPD、L-SEPD欠陥の測定を行った。引上げ速度と欠陥測定結果の関係を表1に示した。また、全く同様に成長させたシリコン単結晶棒を縦割りにして、成長方向での結晶欠陥の変化の様子を見たのが、図10(a)である。

【0070】

【表1】

引上げ速度 (mm/min)	温度勾配の差 $G_e - G_c - G_c$ (℃/cm)	領域	FPD (/cm <sup>2</sup> )	L-SEPD (/cm <sup>2</sup> )
0.8	3.6	Vリッチ領域	約1000	—
0.55	3.6	N領域	≤20	—
0.5	3.6	Iリッチ領域	≥20	≥10

【0071】表1の結果からわかるように、 $\Delta G$ が5℃/cm以内として、結晶の面内に取り込まれる点欠陥の濃度に差がなくても、引上げ速度が合わなければその結果は、VリッチにもIリッチにもなるので、丁度N領域に合うような引上げ速度を探索した(図4参照)。その結果、0.55mm/minの引上げ速度で引上げた場合に、全面ニュートラルなシリコンウエーハを作製することができた。そして、図10(a)に見られるように、結晶成長界面形状43は平坦であり、酸素濃度分布が均一なものである。ただし、V-リッチ領域40、I-リッチ領域41の間にあるN領域39の範囲は比較的狭く、結晶全体をこのN領域39として成長させるには、高精度な制御が必要である。なお、N領域の間にはOSF領域42が見られる。

【0072】(実施例2) 次に、図12に示した引上装置で、3000Gの水平磁場を融液に印加しつつ結晶を引き上げた。磁場を印加したこと以外は、実施例1と同じ条件とした。すなわち、20インチ石英ルツボに原料多結晶シリコンを60Kgチャージし、直径6インチ、方位<100>のシリコン単結晶棒を平均引上速度を1.0~0.4mm/minに変化させて引上げた。シリコン融液の湯温は1420℃、湯面から環状の固液界面断熱材の下端までは、4cmの空間とし、その上に10cm高さの環状固液界面断熱材を配置し、湯面から引上げ室天井までの高さをルツボ保持軸を調整して30cmに設定し、上部囲繞断熱材を配備した。

【0073】結晶の固液界面近傍のシリコンの融点から1400℃の間の温度勾配は、 $G_e = 45.0$  [℃/c

m]、 $G_c = 42.0$  [°C/cm]、 $\Delta G = (G_e - G_c) = 3.0$  [°C/cm] に設定した。ここで得られた単結晶棒を縦割りにして、成長方向での結晶欠陥の変化の様子を見たのが、図10(b)である。

【0074】図10(b)を見ると、通常CZ法と同様、 $0.55 \sim 0.58$  mm/min 付近の引上げ速度で引上げた場合に、全面ニュートラルなシリコンウエーハを作製することができる。また、結晶成長界面形状も平坦であり、酸素濃度分布も均一なものとなる。

【0075】そして、図10(a)の通常CZ法と大きく異なるのは、N領域が非常に広がり、引上げ速度の制御範囲が著しく広がること、またV-リッチ領域、N領域、I-リッチ領域の境界も平坦化し、これをスライスしてウエーハとする場合に、同一ウエーハ面内ですべてN領域となりやすいものとなる。ことがわかる。

【0076】このように、磁場を印加すると結晶欠陥の発生する様子が著しく変わる理由の詳細は今のところ不明であるが、磁場を印加することにより融液の対流が安定化されることから、融液中の温度勾配が変化し、結晶中への欠陥の取り込み量そのものが変化すると、成長界面近傍の結晶中の温度勾配も融液中の温度勾配の変化の影響を受け、安定化し結晶欠陥のない理想的な温度勾配となったためであると考えられる。

【0077】(実施例3、比較例) 次に、固液界面形状が、ウエーハ面内酸素濃度に与えている影響を調べてみた。図12に示した引上装置で、20インチ石英ルツボに原料多結晶シリコンを60Kgチャージし、3000Gの磁場を印加しながら、直径8インチ、方位<100>のシリコン単結晶棒を引上げた。シリコン融液の湯温は1420°C、湯面から環状の固液界面断熱材の下端までは、4cmの空間とし、その上に10cm高さの環状固液界面断熱材を配置し、湯面から引上げ室天井までの高さをルツボ保持軸を調整して30cmに設定し、上部圍繞断熱材を配備した。

【0078】結晶の固液界面近傍のシリコンの融点から1400°Cの間の温度勾配は、 $G_e = 32.6$  [°C/cm]、 $G_c = 30.5$  [°C/cm]、 $\Delta G = (G_e - G_c) = 2.1$  [°C/cm] に設定した。得られたシリコン単結晶棒を縦割りにして、結晶中心部と周辺部における成長方向での酸素濃度の変化の様子を見たのが、図11(b)である(実施例3)。この場合、結晶中の固液界面の形状は、周辺5mmを除いて固液界面の平均値に対し $\pm 2$  mm以内の上に凸形状でほとんど平坦であった。

【0079】一方、固液界面断熱材および上部圍繞断熱材を取りはずし、その他の条件は上記と同一にして、3000Gの磁場を印加しつつ、直径8インチのシリコン単結晶棒を育成させた。この時、結晶の固液界面近傍の温度勾配は、 $G_e = 63.5$  [°C/cm]、 $G_c = 3$

$0.4$  [°C/cm]、 $\Delta G = (G_e - G_c) = 33.1$  [°C/cm] に設定した。得られたシリコン単結晶棒を縦割りにして、結晶中心部と周辺部における成長方向での酸素濃度の変化の様子を見たのが、図11(a)である(比較例)。この場合、結晶中の固液界面の形状は、周辺5mmを除いて固液界面の平均値に対し $\pm 10$  mmの上に凸形状であった。

【0080】図11を見ると、(a)では酸素濃度が、結晶の中心部と周辺部とは大きな差があり、成長方向で酸素濃度が大きくばらついていることがわかる。そして、中心部での酸素濃度の成長方向の変動と周辺部での酸素濃度の変動とは、約12~20mmの位相差でほぼ同様の変動をしていることがわかる。これは、結晶成長界面の凸形状をそのまま反映させたものである。

【0081】一方、(b)では酸素濃度が、結晶の中心部と周辺部とはほぼ一致しており、中心部での酸素濃度の成長方向の変動と周辺部での酸素濃度の変動とは、約0~3mmの位相差で極めてよく一致していることがわかる。このシリコン単結晶は成長方向でのばらつきはあるものの、成長方向に垂直な方向の酸素濃度分布が極めて良好で、これをスライスしてウエーハとした場合には面内で酸素濃度の分布が極めてよいものとなる。これは、結晶成長界面が平坦化されたことが反映させたものである。

【0082】なお、本発明は、上記実施形態に限定されるものではない。上記実施形態は、例示であり、本発明の特許請求の範囲に記載された技術的思想と実質的に同一な構成を有し、同様な作用効果を奏するものは、いかなるものであっても本発明の技術的範囲に包含される。

【0083】例えば、上記実施形態においては、直径6および8インチのシリコン単結晶を育成する場合につき例を挙げて説明したが、本発明はこれには限定されず、N領域に合致し、かつ結晶の固液界面近傍の結晶中心部と周辺部との温度勾配の差を小さくする引上げ速度に調節すれば、直径8~16インチあるいはそれ以上のシリコン単結晶にも適用できる。また、本発明で磁場を印加する場合にも、シリコン融液に水平磁場を印加する場合に限られるのではなく、縦磁場、カスプ磁場等を印加するその他のMCZ法にも適用できることは言うまでもない。

【0084】

【発明の効果】以上説明したように、本発明により、CZ法、MCZ法によって製造されるシリコン単結晶のFPD、L-SEPD、COP等のグローイン欠陥を減少させ、比較的早い引上げ速度で生産性を殆ど低下させることなく、ウエーハ全面がほぼ無欠陥のシリコン単結晶を製造することができる。しかも、ウエーハ面内の酸素濃度分布も改善される。

【図面の簡単な説明】

【図1】CZ法による本発明の単結晶引上装置の概略図

明図である。

【図2】CZ法による従来の単結晶引上装置の概略説明図である。

【図3】本発明の結晶成長理論を、結晶中固液界面近傍の温度勾配と引上げ（成長）速度との関係において、従来法と比較して示した説明図である。

【図4】本発明の結晶成長理論を、結晶中固液界面近傍の温度勾配と引上げ（成長）速度との関係で示した説明図である。

【図5】本発明の固液界面近傍における、温度勾配測定位置を示した説明図である。

【図6】本発明の単結晶引上装置の固液界面近傍の断熱材配置を示した図1の部分拡大説明図である。

【図7】本発明の結晶成長理論を、結晶中固液界面近傍の温度勾配と引上げ（成長）速度との関係において、従来法と比較して図3をより具体的なデータで示した説明図である。

【図8】本発明の結晶成長理論を、結晶中固液界面近傍の温度勾配と引上げ（成長）速度との関係で図4をより具体的なデータで示した説明図である。

【図9】本発明の結晶成長理論を、結晶中固液界面近傍の横断面で示した説明図である。

\* (a) : 従来法による領域分布。

(b) : 本発明による全面N領域を示す。

【図10】実施例における結晶成長方向での結晶欠陥の変化の様子を見た図である。

(a) : 実施例1 (CZ法)。

(b) : 実施例2 (MCZ法)。

【図11】実施例3および比較例の酸素濃度測定結果図である。

(a) : 比較例。

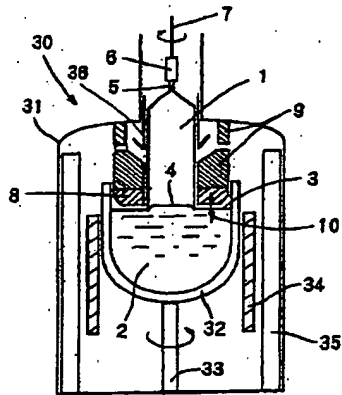
(b) : 実施例3。

【図12】MCZ法による本発明の単結晶引上装置の概略説明図である。

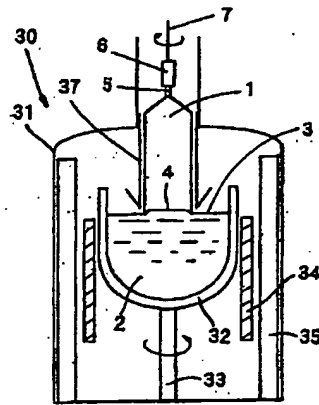
【符号の説明】

1…成長単結晶、2…シリコン融液、3…湯面、4…固液界面、5…種子結晶、6…シードチャック、7…ケーブル、8…固液界面断熱材、9…上部圍繞断熱材、10…湯面と固液界面断熱材下端との隙間、30…単結晶引上装置、31…引上げ室、32…ルツボ、33…ルツボ保持軸、34…ヒータ、35…断熱材、36…冷却装置、37…整流筒、38…磁石、39…N領域、40…V-リッチ領域、41…I-リッチ領域、42…OSF領域、43…成長界面形状。

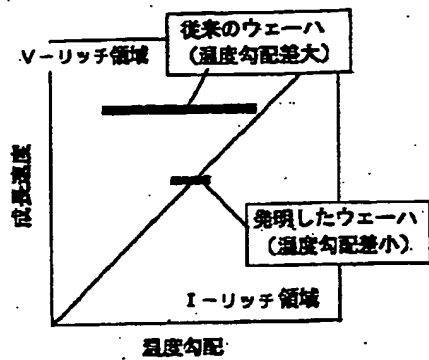
【図1】



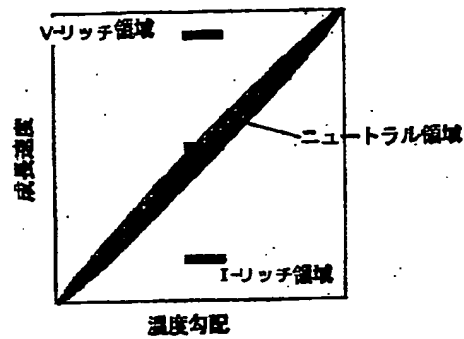
【図2】



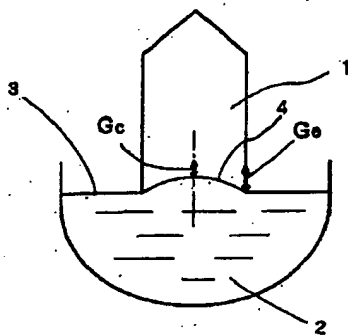
【図3】



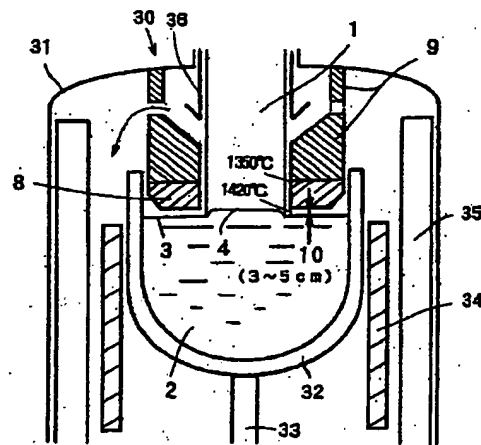
【図4】



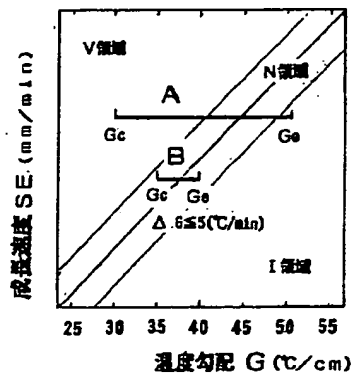
【図5】



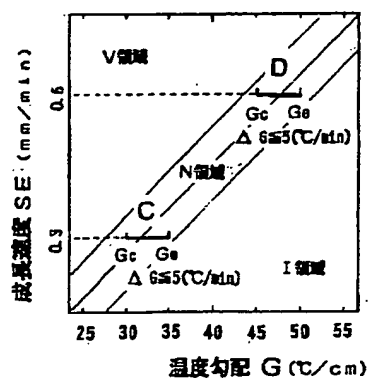
【図6】



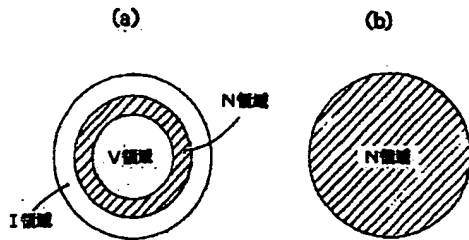
【図7】



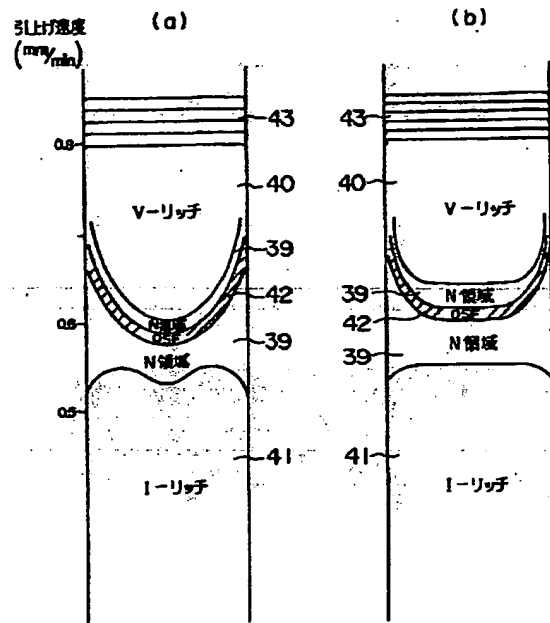
【図8】



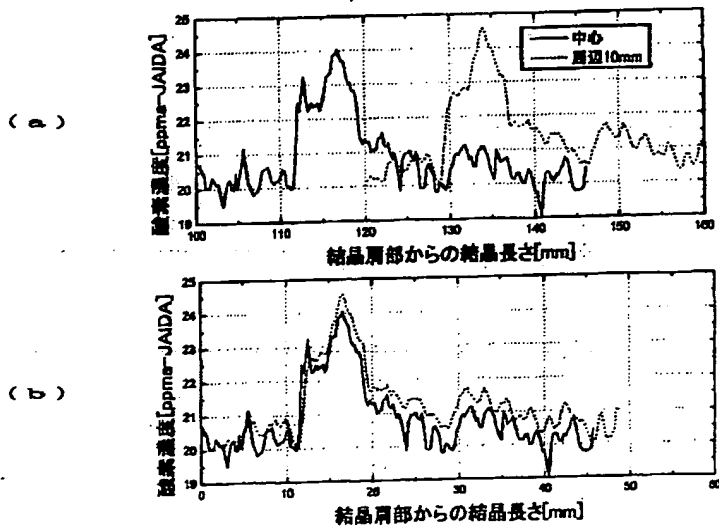
【図9】



【図10】



【図11】



(72)発明者 山中 秀記  
福島県西白河郡西郷村大字小田倉字大平  
150番地 信越半導体株式会社白河工場内



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**